

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-116774

(43)Date of publication of application : 26.04.1994

(51)Int.Cl.

C25C 7/02

C25B 11/00

C25D 17/10

H01M 4/04

(21)Application number : 04-289338

(71)Applicant : TANAKA KIKINZOKU KOGYO KK  
FURUYA CHOICHI

(22)Date of filing : 02.10.1992

(72)Inventor : FURUYA CHOICHI

**(54) METHOD FOR REMOVING SURFACTANT FROM BLANK MATERIAL SHEET FOR GAS DIFFUSION ELECTRODE****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To efficiently elute away a surfactant and to lessen the necessary amt. of a solvent by sending the solvent penetrated from one surface to the other surface of a blank material sheet for a gas diffusion electrode to a distillation device and using again the solvent which is cleaned after the surfactant is removed.

**CONSTITUTION:** A hydrophilic carbon black and/or water repellent carbon black, polytetrafluoroethylene and the surfactant (aq. soln.) are mixed. After this mixture is filtered, the filtrate is dried and pulverized and thereafter, the solvent (for example, solvent naphtha) is penetrated therein and the powder is rolled to form a sheet. This sheet is then heated to a prescribed temp. to evaporate the solvent, by which the blank material sheet 1 for the gas diffusion electrode is obtd. Next, the solvent (for example, toluene) 6 is passed from the one surface to the other surface of this sheet 1 to remove the surfactant and is sent to the distillation device 4 via a reflux path 7, by which the solvent is recovered. The recovered clean solvent is reused for removing the surfactant in the above- mentioned sheet 1.



(10)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-116774

(43)公開日 平成6年(1994)4月25日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 5 C 7/02		7013-4K		
C 2 5 B 11/00		9046-4K		
C 2 5 D 17/10				
H 0 1 M 4/04				

審査請求 未請求 請求項の枚数 1 (全 4 頁)

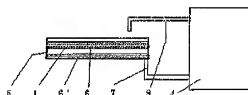
(21)出願番号	特願平4-286938	(71)出願人	000217228 田中貴金属工業株式会社 東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号
(22)出願日	平成4年(1992)10月2日	(71)出願人	000163952 吉屋 長一 山梨県甲府市中村町2番14号
		(72)発明者	吉屋 長一 山梨県甲府市中村町2番14号

(54)【発明の名称】 ガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法

(57)【要約】

【目的】 ガス拡散電極用の反応層シートやガス拡散層シート等の素材シート中から界面活性剤を抽出除去する時間を大幅に短縮でき、しかも素材シートの単位処理量に対し蒸溜装置が小型のもので良いガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法を提供する。

【構成】 ガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸溜装置に回収し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過して、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤を除去することと特徴とするガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法。



(2)

特開平6-116774

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 親水性カーボンブラック又は、及び親水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に乾燥、乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は透過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に溶剤を界面活性剤の分解しない温度で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートを片側から他側へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸留装置に回収し、界面活性剤を除去して清浄とな

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電解、燃料電池、電気メッキ、電気化学的リアクター等におけるガス拡散電極の製造工程中、反応層シート、ガス拡散層シート等の素材シート中から界面活性剤を除去する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ガス拡散電極は、反応層シートのみからなるものと、反応層シートとガス拡散層シートからなるものがある。従来、反応層シートのみからなるガス拡散電極を作るには、親水性カーボンブラック、親水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し（このとき界面活性剤を添加しないとカーボンブラックが分散できない）、次に乾燥し乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は透過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去して反応層シートを作成し、然る後この反応層シートを切断し、触媒の担持と加熱加圧のいずれかより先に行き電極を作成している。

【0003】また、反応層とガス拡散層とからなるガス拡散電極を作るには、前記と同様に反応層シートを作成する一方、親水性カーボンブラックとポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に乾燥し乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は透過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去してガス拡散層シートを作成し、次いで前記反応層シートとガス拡散層シートを切断し、両シートを重ね、加熱加圧して一体化した後、反応層シートの方に触媒を担持して電極を作成している。

【0004】ところで、上記いずれのガス拡散電極の製造方法においても反応層シート及びガス拡散層シートを作成する直前に、圧延により成形したシートを加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去しているが、実際には溶剤は蒸発するが、界面活性剤は一

2

部がタール状になってポリ四弗化エチレンおよびカーボンブラック上に残り、界面活性剤を全量除去することは基本困難であった。

【0005】界面活性剤がポリ四弗化エチレンおよびカーボンブラック上にタール状に残っていると、ガス拡散電極の反応層にあっては、親水性の微細な通路（親水部）に水が侵入するようになり、親水性の微細な通路（親水部）と親水性の微細な通路（親水部）の接し合う面積が減少して電極が劣化し、寿命が短くなる。また、ガス拡散層にあっては、親水性の微細な通路（親水部）に水が侵入するようになり、水覆れしてくると同時に気体の出入が滞り、電極が劣化し、寿命が短くなる。

【0006】このようなことから近時、ガス拡散電極の製造工程中、圧延により成形した反応層シートやガス拡散層シート等の素材シートを、界面活性剤が分解しない温度で溶剤を加熱蒸発した後、図4に示すように該素材シート1を溶媒槽2中に浸漬し、素材シート1中の界面活性剤が或る程度溶出し、溶媒3が汚れたら、溶媒3を蒸留装置4へ送り、蒸留されたきれいな溶媒3を溶媒槽2中に入れることを数回以上繰り返すことが行われている。

【0007】然し乍ら、素材シート1を溶媒槽2中に浸漬し、素材シート1中の界面活性剤が或る程度溶出するまでには、時間がかかり過ぎ、素材シート1中から界面活性剤を完全に溶出除去するには数回以上溶媒槽2中に浸漬しなければならぬので、非常に時間がかかって効率が悪い。しかも素材シート1の浸漬処理に多量の溶媒を必要とし、蒸留装置4に大型のものが必要であった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、素材シート中から界面活性剤を溶出除去する時間を大幅に短縮でき、しかも素材シートの単位処理量に対し蒸留装置が小型のもので良いガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法を提供しようとするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するための本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、親水性カーボンブラック又は、及び親水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に乾燥、乾燥、粉碎して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に溶剤を界面活性剤の分解しない温度で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートの片面から他側へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸留装置に回収し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他側へ透過してガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤を除去することを特徴とするものである。

【0010】

(3)

特開平6-116774

3

【作用】 上記のように本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸留装置4に送り、界面活性剤を除去して洗浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過するので、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤は、溶媒の積極的な透過により効率的に溶出除去され、完全に溶出除去するまでの時間が大幅に短縮される。また、ガス拡散電極用素材シートの界面活性剤の溶出除去処理に要する溶媒の量が少ないので、溶媒中から

界面活性剤を除くための蒸留装置4は小型のもので良い。

【0111】

【実施例】 本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の実施例を説明する。平均粒径 420 Åの親水性カーボンブラックと親水性カーボンブラックと平均粒径 0.3 μmのポリ四酸化エチレンディスバージョンを5:3:3の割合で混ぜ、これに界面活性剤、本例では商品名トライトンの5%水溶液を 120の割合で添加して混合し、次に濾過器に注入して濾過し、乾燥、粉砕して溶剤本例ではソルベントナフサを 1.0:2.0の割合で添加し、次いで圧延により 0.4mmのシートを成形し、次にソルベントナフサを界面活性剤の分解しない温度（60℃）で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シート（反応層素材シート）から界面活性剤であるトライトンを除去するに、図1に示すようにガス拡散電極用素材シート1を透過槽5の中上部に張設し、該素材シート1の上面から下面へトルエン6を透過してトライトンを溶出し、透過後透過槽5の底に溜まったトライトンを含むトルエン6を還流路7を通して蒸留装置4へ送り、蒸留装置4でトライトンを除去して洗浄となったトルエン6を再び供給路8を通して素材シート1の上面から下面へ透過して素材シート1中のトライトンを溶出除去する。この実施例に於いて、透過槽5の下部を減圧すると、トルエンの透過が一層良くなり、トライトンの溶出が促進されて、トライトンの溶出除去効率が向上する。

【0112】 次に他の実施例を説明する。平均粒径 420 Åの親水性カーボンブラックと平均粒径 0.3 μmのポリ四酸化エチレン粉末を7:3の割合で混ぜ、これにトライトンの6%水溶液を 200の割合で添加して混合し、次に濾過器に注入して濾過し、乾燥、粉砕してソルベントナフサを 1:1.8の割合で添加し、次いで圧延により 0.6mmのシートを成形し、次にソルベントナフサを界面活性剤を分解しない温度（60℃）で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シート（ガス拡散電極素材シート）からトライトンを除去するに、図2に示すようにガス拡散電極用素材シート1'を三段にした透過槽5の中上部に張設し、該素材シート1'の上面から下面へトルエン6を透過してトライトンを溶出し、透過後各透過槽5の底に溜まったトライトンを含むトルエン6を還流路7を通して蒸留装置4へ送り、蒸留装置4でトライトンを

4

除去して洗浄となったトルエン6を再び供給路8を通して素材シート1'の上面から下面へ透過して素材シート1'中のトライトンを除去する。この実施例に於いて、各透過槽5の下部を減圧すると、トルエンの透過が一層良くなり、トライトンの溶出が促進されて、トライトンの溶出除去効率が向上する。

【0113】 上記の各実施例で判るように本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、ガス拡散電極素材シート1、1'の上面から下面へトルエン6を透過し、透過したトルエン6を蒸留装置4に送り、トライトンを除去して洗浄となったトルエン6を再び素材シート1、1'の上面から下面へ透過するので、素材シート1、1'中のトライトンはトルエン6の積極的な透過により効率的に溶出除去され、完全に溶出除去するまでの時間が大幅に短縮される。また素材シート1、1'のトライトンの溶出除去に要するトルエン6の量が少ないので、トライトンを溶出したトルエン6'からトライトンを除くための蒸留装置4は小型のもので良い。

【0114】 尚、上記各実施例の透過槽5は、図3に示す溶媒抽出槽10に代えても良いものである。即ち、大型の溶媒抽出槽10内に傾斜した透過槽5'を複数平行に設け、この傾斜した各透過槽5'に素材シート1（又は1'）を張設し、溶媒抽出槽10内にトルエン6を供給し、素材シート1（又は1'）の上面から下面にトルエン6を透過することにより素材シート1（又は1'）中のトライトンを溶出除去することができ、トライトンを除去したトルエン6'は還流路7を過して蒸留装置4に至り、蒸留装置4でトライトンを除去して洗浄となったトルエン6は再び供給路8を通して素材シート1（又は1'）の上面から下面へ透過することにより、素材シート1（又は1'）中のトライトンはトルエン6の積極的な透過により効率的に溶出除去される。

【0115】

【発明の効果】 以上の通り本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法によれば、素材シート中の界面活性剤が溶媒の積極的な透過により効率的に溶出除去されるので、完全に溶出除去されるまでの時間が大幅に短縮される。また、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤の溶出処理に要する溶媒の量が少ないので、溶媒中から界面活性剤を除くための蒸留装置4は小型のもので良い。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の一実施例を示す図である。

【図2】 本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の他の実施例を示す図である。

【図3】 本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の変形例を示す図である。

【図4】 従来のガス拡散電極用素材シートからの界面活

(4)

特開平6-116774

6

5

5  
 洗剤の除去方法を示す図である。

【符号の説明】

1、1' ガス近接電極用素材シート

4 蒸溜装置

\* 5 透過槽

6 トルエン（溶媒）

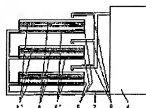
6' トライトン（界面活性剤）を含むトルエン（溶媒）

本 媒

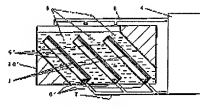
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

